

308383

?s pn=(jp 57167397 or jp 82167397) or an=82jp-167397

1 PN=JP 57167397  
0 PN=JP 82167397  
0 AN=82JP-167397

S4 1 PN=(JP 57167397 OR JP 82167397) OR AN=82JP-167397

?t 4/7

4/7/1

DIALOG(R) File 351:DERWENT WPI

(c) 2000 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

003538199

WPI Acc No: 82-86191E/198241

Hydraulic or metal-working fluid and concentrate - contg. polyether thickener acting synergistically with other active components

Patent Assignee: BASF WYANDOTTE CORP (BADI )

Inventor: COMPTON J W; DAVIS P; MAXWELL J F; NASSRY A; PANEK E J

Number of Countries: 014 Number of Patents: 006

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Main IPC	Week
EP 61823	A	19821006	EP 82300360	A	19820125		198241 B
JP 57167397	A	19821015					198247
BR 8200371	A	19821123					198301
DK 8200306	A	19830117					198309
EP 61823	B	19850605					198523
DE 3263961	G	19850711					198529

Priority Applications (No Type Date): US 81249858 A 19810401

Cited Patents: US 3829506; US 4151099

Patent Details:

Patent Kind Lan Pg Filing Notes Application Patent

EP 61823 A E 28

Designated States (Regional): AT BE CH DE FR GB LI LU NL SE

EP 61823 B E

Designated States (Regional): AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE

Abstract (Basic): EP 61823 A

A hydraulic or metal working fluid concentrate, for imparting properties such as extreme pressure resistance and corrosion inhibition to water, comprises (a) a water-soluble poly-oxyethylated aliphatic ester, (I), (b) a sulphurised molybdenum or antimony cpd. (II), (c) a phosphate ester salt (III), (d) a modified polyether polyol thickener (IV) and optionally (e) a corrosion inhibitor and a metal deactivator. A fluid formed by diluting the concentrate is also claimed. (I) is an ester of an ethoxylated mono- or polyhydric 8-36C alcohol and ethoxylated 8-36C aliphatic acid contg. 5-20 moles ethylene oxide per mole of acid, and is produced by polyoxyethylating the acid and/or alcohol and then esterifying.

(II) is of formula (where M is Mo or Sb, and R is alkyl, aryl and/or alkylaryl having 3-20C atoms in the alkyl gp.). (III) is formula RO-(EO)<sub>n</sub>-P(O)(OX)<sub>2</sub> or RO-(EO)<sub>n</sub>-(OX)P(O)-(EO)<sub>n</sub>-OR (where EO is ethylene oxide; R is alkyl or alkylaryl with 6-30C atoms in the alkyl gp.; X is alkali(ne earth) metal, ammonium or amine residue; n is 1-50).

(IV) is of mol. wt. 1000-75,000 and is prep'd. by reacting ethylene oxide and opt. a 3 or 4 C alkylene oxide with a cpd. contg. at least two active H atoms and an alpha-olefin oxide or a glycidyl ether, wherein the oxide or ether has a chain length of 12-18 aliphatic C atoms and is present in an amt. of 1-20 wt.% based on the total wt. of (VI).

The hydraulic or metalworking lubricant fluids formed by diluting the concentrate with tap water have suitable properties for applications requiring hydraulic pressures of 200-2000 lb/sq.in., e.g. suitable lubricity, viscosity and corrosion protection. It is found that cpd. (IV) acts synergistically with the other active ingredients to give unexpectedly high viscosity.

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報 (A)

昭57-167397

⑫ Int. Cl.  
C 10 M 3/04

識別記号 庁内整理番号  
7144-4H

⑬ 公開 昭和57年(1982)10月15日  
発明の数 15  
審査請求 未請求  
(全 13 頁)

⑭ 相乗的に濃化した水性作動液体

ライブ24025

⑮ 特 願 昭57-9925

⑯ 発明者 ジョン・ダブリュ・コジットン  
アメリカ合衆国ミシガン州バー  
ナード・タイラー-22164

⑰ 出願 昭57(1982)1月25日

⑱ 発明者 エドワード・ジエイ・バネク  
アメリカ合衆国ミシガン州ヒル  
クレスト・トレントン4975

⑲ 優先権主張 ⑳ 1981年4月1日③米国(US)

㉑ 出願人 ピーエイエスエフ・ワイアンド  
ツト・コーポレイション  
アメリカ合衆国ミシガン州ワイ  
アンドツト・ビドル・アベニュー  
-1609

㉒ ④249858

㉓ 代理人 弁理士 河野昭

㉔ 発明者 アサダラハ・ナースリイ

最終頁に続く

アメリカ合衆国ミシガン州リバ  
ービュー・パークリッジ・ドラ  
イブ17891

㉕ 発明者 ジエロルド・エフ・マツクスウ  
エル

アメリカ合衆国ミシガン州ウツ  
ドハイブン・ヘリティツジ・ド

明細書の序章(内容に変更なし)

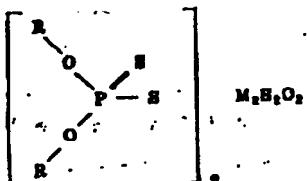
明 細 書

1. 発明の名称

相乗的に濃化した水性作動液体

2. 特許請求の範囲

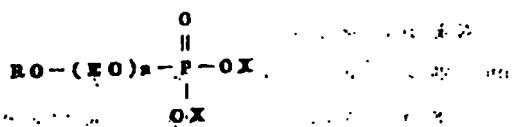
(1) 下記成分A～Eにより相乗的に構成される  
ことを特徴とする水に適度な圧力に対する抵  
抗及び腐蝕防止性のような特性を付与するこ  
とのできる作動液体又は金属加工液或は濃化物  
A. エトキシル化脂肪族一価及び多価アルコ  
ール及びエトキシル化脂肪族のエステル  
による水溶性ポリオキシエチル化脂肪族  
エステルであつて、該酸が約5～約20モ  
ルのエチレンオキシドを環のモル当たり無限  
され、該アルコール及び酸が5～30モルの炭  
素鎖長を有し、該エステルが先ず少なくと  
も一種の該酸又はアルコールをポリオキシ  
エチル化し、次いでそのエステル反応生成  
物を得ることによつて調達されるエステル。  
B. 下記一般式で表わされる濃化金属化合物



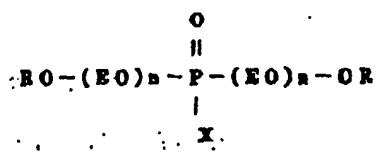
$M_2B_2O_2$

(式中Mはセリブデン又はアンチモン、基團  
はアルキル、アリール、アルキルアリール  
基及びそれらの導合物であり、アルカチ  
の炭素数は3～20であり、該水溶性エス  
テルと対応濃化金属化合物の比は、該金属化  
合物のイオウ質量に基づいて5：1～2：  
1である。)

C. 下記一般式よりなる化合物から選ばれた  
リン酸エステル塩



及び



(式中、E0はエチレンオキシドであり、Rは炭素数6～30の酸状又は分岐アルキル基、及びアリール又は炭素数約6～約30の丁基キルアリール基よりなる群から選ばれる基であり、Xは水素、アンモニア、アミン、アルカリ又はアルカリ土類金属及びそれらの金属よりなる群から選ばれる強薦である、nは1～50の数である。該リン酸エスチルの該強化金属化合物に対する割合は該金属化合物中のイオウ重量に基づいて約0.1：1～約2：1である)。

D. エチレンオキシド又はエチレンと少なくとも一種の炭素数3～4の低級アルキレンオキシドとを少なくとも2個の活性水素を含有する活性水素含有化合物及び少なくてとも一種の炭素鎖長が約1.2～約1.8の炭素

数のアルファーオレフィンオキシド又は少なくとも一種のタリシジルエーテルと反応させて得られる分子量が約1.000～約600のポリエーテルポリオール強化剤であつて、該アルファーオレフィンオキシド又はタリシジルエーテルの存在量が該強化剤の全重量の1～約2.0重量%であり、更に任意成分として、

#### E. 腐蝕防止剤及び金属不活性化剤。

2 該リン酸エスチルが1モルのエチレンオキシドと1モルのオレイルアルコールとの反応生成物を3モルの五酸化リンでエスチル化して得られたエスチルである特許請求の範囲第1項記載の強化物。

3 水及び特許請求の範囲第2項の強化物より実質的に構成される作動液体又は金属加工潤滑液体において、該液体が約6.0%～約8.0%の水及び約4.0%～約1.0%の強化物よりなることを特徴とする液体。

4 水及び特許請求の範囲第2項の強化物より

実質的に構成される作動液体又は金属加工潤滑液体において該液体が約5.0%～約8.0%の強化物より構成されることを特徴とする液体。

- (a) 該腐蝕防止剤がアルカリ金属の安息香酸塩、硝酸塩、アミン及びそれらの混合物よりなる群から選ばれる特許請求の範囲第3項記載の作動液体。
- (b) 該アミン腐蝕防止剤がモルホリジである特許請求の範囲第3項記載の作動液体。
- (c) 該金属不活性化剤が2-メルカプトベニズチアゾールのトリエチノールアミン塩である特許請求の範囲第6項記載の組成物。
- (d) 該ポリエーテルポリオールが該反応物の混合物を共重合させて不均質共重合体を調達することによつて得られる特許請求の範囲第3項記載の強化剤。
- (e) 該ポリエーテルポリオールがエチレンオキシド及び少なくてとも一種の低級アルキレンオキシドの混合物をアルカンモノアルコール類、

アルカンモノアルコール類、アルキンモノアルコール類よりなる群から選ばれた該開始剤の存在下に共重合させることにより液状不均質共重合体中間体を調達し、次いで該中間体を少なくてとも一種の該アルブチノーリンオキシドと反応させることにより不溶化される特許請求の範囲第2項記載の強化剤。

(f) 該ポリエーテルポリオールがモルホリジオキシドを逐次少なくてとも一種低級アルキレンオキシドと反応させてプロトクタ共重合体中間体を調達し、次いで該中間体を少なくてとも一種の該アルブチノーリンオキシドと反応させて調達される特許請求の範囲第3項記載の強化剤。

(g) 該低級アルキレンオキシドがプロピレンオキシド、1,2-ブチレングリコールオキシド、1,3-ブチレンオキシド、1,4-ブチレンオキシド、2,3-ブチレンオキシド及びテトラヒドロフルランよりなる群から選ばれ該強化剤中のエチレンオキシドの割合が該強化剤の全重量の少

に金属を加工することを目的とする金属加工方法。

4. 特許請求の範囲第3項の作動流体を利用して動力を液圧的に伝達する方法。

### 2. 説明の詳細な説明

本発明は、水性作動流体および金属工作用組成物に関するものである。

液体充満槽では、液圧ポンプによって圧力をかけた「作動流体」と呼ぶ流体に機械力を与える。またまた動力を利用するには、前記作動流体の頭をタフビングし、この動力を液圧モータと呼ばれる機器によって機械的な動きにも、ビナ圧力を実現する。この作動流体は、圧力液体伝達流体として利用されるわけである。非圧縮性流体であればいずれもこの機能を果すことができる。この目的に最も古くから用いられている流体は水であり、今でも時おり水だけをこの目的で用いることがある。従来、作動流体として石油系オイルの開発がさかんに行なわれておらず、作動流体を利用すると装置のかなりのものが特に

なくとも10重量%の特許請求の範囲第1項記載の液化剤。

12. 次にエチレンオキシド残基の該低級アルキレンオキシド残基に対する割合がエチレンオキシド残基約10～約15重量%に対し、該低級アルキレンオキシド残基約3カ～約1重量%であり、該活性水素含有化合物が主として10%の炭素数の及び2～6の水酸基を有する多価アルコールである特許請求の範囲第1項記載の液化剤。

13. 該開始剤がトリメチロールプロパン、トリセロール、2,3,5,6-ヘキサンテトロール、ソルビトール、及びパンタエリスリトールよりなる群から選ばれた少なくとも一種のアルカンポリオールであり、該開始剤の該エチレンオキシド、該低級アルキレンオキシド及び該アルファーオレフィンオキシドの割合に対するモル比が約1:6～約1:15である特許請求の範囲第1項記載の液化剤。

14. 特許請求の範囲の金属加工法成物が存在下、

石油系オイルを用いるように設計、製作されている。石油系オイルは、作動流体として水と比較した場合、該質の該装置成形分（すなわち、液圧ポンプ、モーター等）のさびの発生を防ぎ、また作動流体が潤滑を調節せざる見えないでの構造物の摩耗も防ぐという利点を持つ。もう一つの利点は、石油系オイルが、普通、水よりもかなり高い粘度を持つてあり、機械装置からの流体の漏れが少ないとということである。さらに、石油系オイルに加える添加剤に関する技術も開発されており、石油系オイルをベースとする作動流体の粘度、気泡安定度、摩耗防止性および腐食防止性をさらに高めようになつた。

過去20年れわたつて、石油系オイルの大半を占める一つ、すなわち、可燃性を克服するための種々の、石油系オイルをベースとする作動流体に代るもののが開発されてきた。最近に至つて、石油系オイルの価格が高騰し、また、汚染した、すなわち、使用済み石油系オイルベースの作動流体を生態学的により多く処分することが

むずかしいということから、20パーセント以上の水を有する作動流体を使用することに関心が高まつてきた。

いわゆる「可溶性オイル」式の金属工作用流体を作動流体として用いることが考えられている。この流体は、耐腐蝕性を高め、耐摩耗性、脱泡性を改善するために、試油や乳化剤、種々の添加剤を含有している。このような流体は、特に石油系オイルベースの作動流体を用いるように設計された普通の産業装置で用いるには適していない。ポンプや弁の摩耗を防ぐに適していないからである。しかしながら、特別設計の上で専門的かつ高価で大掛かりな装置（大きくて貫通性がないために、たいていの産業プラントに適さない）に、このような流体の活用が見出されている。可溶性オイルを作動流体として用いることは非常に限られており、液圧延機などの、貫通性とが寸法が重要な機器に限られる。

実質的に二硫化モリブデン、水溶性粘度上昇剤（たとえば、ボリビニルアルコール）および

乳化性鉄油から成る水性潤滑剤複合潤滑組成物を製造することは米国特許第3,249,538号から公知である。また、ポリオキシエチレンジリコールとトリグリセライドのエステル交換によつて得た水溶性混合エステルを含有する水性潤滑組成物を製造することも米国特許第3,970,569号で公知である。

ホスフエートエステルと複数化合物の混合物を水をベースとした金属工作用組成物で用いて耐圧力性、耐摩耗性、腐蝕防止性を向上させることができることも米国特許第3,933,658号で公知である。このようを添加剤に、鉛油、植物油、脂肪族エステル等の適量をビヒタルと共に用いる。ここで言つて複数化合物は硬化モリブデン化合物ではなくて、2-メルカプトベンゾチアソールの誘導体である。しかしながら、本発明のホスフエートエステルはこの米国特許に開示されているものと同じである。これらはアルキル、アリルまたはアリルアルキルのホスフエートの酸化アルキレン誘導体であり、過酸

酸の形あるいはホスフエートエステルを金属水酸化物または炭酸塩、アンモニアもしくはアミンで中和する中和形態で有効である。これらのホスフエートエステルを水性金属工作用流体で用いることは△83年会報7号、第398-405頁の特に405頁に示載されている。

水性作動流体および金属工作用潤滑剤を製造することも米国特許第4,151,089号、同第4,133,846号で公知である。ホスフエートエステルと複数化合物、もしくはホスフエートエステル、複数化合物および水溶性ポリオキシエチル化脂肪族エステルを含有するこれらの作動流体はポリグリコール系樹脂で随意に酸化するのであるが、作動流体の成る成分、特にホスフエートエステルあるいはホスフエートエステルとアミンの成分と相乗的に反応して粘度をかなり高めるアルファアオレフィンエボキシド或いはエーテルポリオール樹脂剤を利用して作動流体を作ることができるということについては、上記の米国特許、刊行物のいずれにも示載がな

い。

本発明は強化した高粘度の水性作動流体および金属工作用流体に関するものである。この流体は、水溶性ポリオキシエチル化脂肪族エステル、硬化金属化合物、ホスフエートエステル類、およびポリエーテルポリオール(ポリエーテル)強化剤を含有する。任意操作として、本発明の流体は気相あるいは液相の腐蝕防止剤や金属潤滑剤を含んでいてよい。エチレンオキシドあるいはエチレンオキシドおよびないし1の炭素原子を有する少なくとも1種の低級アルキレンオキシドと、少なくとも2種の活性水素を含み、約1,000ないし約7,500、好ましくは、約1,000ないし約4,000の分子量を有し、さらに12ないし18の炭素原子を有するアルファアオレフィンエボキシド(オキシド)との反応によつて変性された活性水素含有抑制剤との反応から説明した高分子量ポリエーテルポリオールであるポリエーテルポリオール強化剤と前記流体との組合せにより、子細に反し

て、粘度を算定的に高めることができる。この粘度上界は単に相加的なものではない。

本発明の強化物は、優れた潤滑性、耐摩耗性を有する難燃性作動流体として、あるいは、金属等を旋削、切断、ピーリング加工、研削しているときに摩擦抵抗する表面を冷却、潤滑するのに用いる金属工作用組成物としてかなりの量の水と混合して用いることができる。本発明の作動流体および金属工作用組成物は従来の鉛油またはグリコール・水混合物を含有する作動流体や金属工作用乳潤液よりも生産的に優れている。

本発明によれば、作動流体や金属工作用流体ならびにベースとしての水で稀釈して作動流体あるいは金属工作用組成物を作ることができる潤滑用強化物が開示される。ここに開示した組成物は作動流体あるいは金属工作用組成物に必要な潤滑性および耐摩耗性を有する。本発明の強化作動流体および金属工作用流体は、ポンピング中に被圧縮の機械器具での漏洩をかなり

防止する粘度で作ることができ。この液体を金属工作用液体として利用し、高強度工作業で生じる液体のスペクタリングを減ずることでできる粘度で作ることができる。この分野で周知のように、本発明組成物の一例として、腐蝕抑制剤、潤滑剤、金属潤滑剤(キャレート剤)を用いることができる。

エトキシル化脂肪族またはアルコールのエステル

一本発明の調滑潤滑物や本発明の作動液体、金属工作用添加剤の腐蝕防止調滑剤成分として、好ましくは、脂肪族や脂肪ダイマー族を持つエトキシル化C<sub>1</sub>~C<sub>10</sub>脂肪一価または多価アルコールの水溶性エスチルを用いる。このようなエトキシル化エスチルは1.0ないし2.0の親水性親油性バランス(BLB)を有する。最も重要な付加物は1.0ないし1.5の範囲にある。

有用なエトキシル化脂肪族は1モルあたり約5ないし約20モルのエチレンオキシドを加えたものである。その例として、エトキシル化

成で用いられる好ましいダイマー族は、3つの炭素原子を持つものであり、たとえば、リノール族とエビオホテアリン族のダイマーがある。3.0ないし5.0の炭素原子を持つ他のダイマー族も同様に用いふことができる。これらのダイマー族は純粋な形で用いふ必要はなく、ダイマー族が大部分の成分、すなわち5.0モル以上より大きい成分で、残部が伴重合族あるいはもつと高密度に重合された族、たとえば、トライマー族やセトラマー族である混合物として用いてよい。

一本発明の作動液体および金属工作用調滑組成物で用いれるエトキシル化脂肪族、ダイマー族のエスチルはエトキシル化一価アルコールは多価のアルコールとの反応生成物である。

有効な一価アルコールの代表的なものとしては、セオタール、セーデシル、セードデシル(ラウソル)、セナトラデシル(ミリスチル)、セヘキサデシル(セチル)などセオタールデシルのアルコールがあつて、有効な多価アルコール

オレイン酸、エトキシル化ステアリン酸、エトキシル化パルミチン酸がある。有用なエトキシル化ダイマー族としては、オレインダイマー族、ステアリンダイマー族がある。脂肪族は複数の族または直鎖のいずれかでよく、約5ないし約10の炭素原子を持つてもよい。有効な脂肪族としては、アセライン族、セバシン族、ドデカン族、カブリル族、カブリン族、ラウリン族、オレイン族、ステアリン族、パルミチン族などがある。本発明の水溶性エスチルを得るために特に有効なものは脂肪族であり、好ましくは、約5ないし10の炭素原子を含む飽和直鎖モノ-,ジカルボキシル族である。

本発明の水溶性調滑剤で用いられる水溶性エスチルの生成に用いるダイマー族を得るには、まずないし5.0の炭素原子を有する不飽和脂肪族あるいはそのエスチル誘導体を重合せると、脂肪族を重合してダイマー脂肪族を生成することは広く文献で説明されており、ここではこれ以上説明する必要はないと考える。ポリエスチルの生

の代表的なものとして、エチレンクリコール、ジエチレンクリコール、ポリエチレンクリコール、スタロース、ブタンジオール、ブタンジオール、ブチジオール、ヘキサンジオール、ポリビニルアルコールがある。エトキシル化してからエスチル化して本発明の作動液体、金属工作用組成物が必須要素として有効なエトキシル化脂肪族アルコールのエスチルを作ることでの最も特有な脂肪族アルコールとしては、グリセロール、ソルビトール、ベンタエリトリトール、トリメチルロールエチジン、トリメチローティオパンがある。

適切な一価脂肪族アルコールは、一般的に言つて、直鎖か及びC<sub>1</sub>~C<sub>10</sub>の炭素量を有するものである。これらのアルコールをエトキシル化するには、この分野で公知のエトキシル化作用を用い、約5モルないし約20モルのエチレンオキシドを加える。この作用はアルカリ触媒の存在の下で圧力をかけて行う。本発明のエトキシル化脂肪族アルコールのエスチルを製造する

のに有効な一価脂肪族アルコールは  $C_n - C_{12}$  の鎖長を有する線状第一アルコールで、少くこれには Shell Chemical Company 社とつて商標「Needol 12:5 - 3:4」、「Needol 2:5 - 7」で売られている。一方、アリーネ、アリーナ、アルキルアルコール等の有機基を有する水溶性ポリオキシエチル化エステルの代表的なものとしては、以下のエステル、すなわち、ソルビタンモノオレエート、ソルビタントリオレエート、ソルビタンモノステアレート、ソルビタントリステアレート、ソルビタノンモノペルミテート、ソルビタノンオノイソステアレート、ソルビタノンモノラウレートがある。

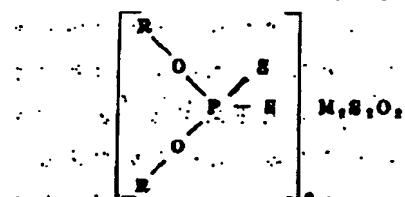
#### 硬化セリップデン及びアンチモン化合物

本発明の硬化オキシセリップデン又はオキシアンチモン有機ホスホロジケタードエート系加剤は下記一般式で表わされる。

$$\text{R}_0-(\text{EO})_n-\text{P}-\text{OX} \quad \text{及び} \quad \text{R}_0-(\text{EO})_n-\text{R}_1-(\text{EO})_m-\text{P}-\text{OX}$$

(式中、EOはエチレンオキシドであり、nは炭素数2～30の線状又は分歧アルキル基、及びアリール又は炭素数約2～約30のアルキルアリール基よりなる群から選ばれる基であり、Xは水素、アシモニア、アミン、アルカリ又はアルカリ土類金属及びそれらの金属よりなる群から選ばれる残基であり、R<sub>1</sub>は「-」の代である) Xの具体例としては、リチウム、ナトリウム、ルビジウム、セシウム、カルシウム、ストロンチウム及びバリウム等が挙げられる。

本発明の組成物において利用されるリン酸エ斯特ル組成物は米国特許第3,414,609号及び



(式中R<sub>0</sub>はセリップデン又はアンチモンであり、Xは有機基でありC<sub>n</sub>-C<sub>12</sub>のアルキル、アリール、アルキルアリール及びそれらの混合物よりなる群から選ばれる)。

有用なセリップデン及びアンチモン化合物は有機酸分が3～20の炭素数のアルキル、アリール又はアリールアルキルである硬化オキシアンチモン又はオキシセリップデン有機ホスホロジケタードエートである。

#### リン酸エ斯特ル

本発明の組成物は下記一般式で表わされる化合物及びその混合物よりなる群から選ばれる。リン酸エ斯特ルを含有する。

米国特許第3,414,609号においてより完全化示されている。

一般的に使用されるリン酸エ斯特ルは、一モルのP<sub>2</sub>O<sub>5</sub>と少くとも一モルのエチレンオキシドを一モルの2個の活性水素原子を有する化合物の複合生成物として形成付けられる非イオン性界面活性剤二～四に五モルでエチル化することによって得られる。そのような非イオン性界面活性剤は公知であり、通常通常量のアルケンオキシド又はエチルアルケンオキシド又は置換アルケンオキシド、例えば、置換プロピレンオキシド、ブタレンオキシド又は軽ましくはエチレンオキシドを少くとも2個の活性水素原子及び反応性水素原子を含有する有機化合物と複合させて得られる活性水素含有化合物の具体例は、アルコール、ワエノール、チオノール、一級及び二級アミン及びカルボン酸、スルホン酸及びそれらのアミドである。アルケンオキシド又はそれ等個物の活性銀と複合させる量は主としてそれが用いられる化合物の種類によつて異

る。一般的に、約20～50重量%の結合アルキレンオキシドを含有する複合生成物が得られる量が用いられる。しかしながら、望ましい日数を得るために前述のアルキレンオキシド量は個々の場合に予備実験に基づいて簡単に求められる。

使用される非イオン性界面活性剤は好ましくはアルキル化及びポリアルキル化エノールオキシドにより少なくとも2個の炭素原子のポリメレフィジから製造されたアルコールの分子配置を有する多分散一級脂肪族アルコール及び少くとも10個の炭素原子の直鎖脂肪族アルコールのポリオキシアルキレン誘導体である。本発明によりリン酸化されたこれらの誘導体及びその他の適当な非イオン性界面活性剤の具体例を以下に掲げる。このリストの中、「EO」はエチレンオキシドを意味し、その前に付せられた数は与えられた活性水素含有一モルと反応したモル数を示す。

ノエルブエノール+9-E0

ノニルブエノール+2-E0
シノニルブエノール+7-E0
ドデシルブエノール+18-E0
ヒマシ油+20-E0
トール油+18-E0
オレイルアルコール+4-E0
オレイルアルコール+20-E0
ラクリルアルコール+4-E0
ラクリルアルコール+15-E0
ヘキサデシルアルコール+12-E0
ヘキサデシルアルコール+20-E0
オクタデシルアルコール+20-E0
オクタトリデシルアルコール (テトラプロピレンより)+7-E0
オクタトリデシルアルコール (テトラプロピレンより)+10-E0
オクタトリデシルアルコール (テトラプロピレンより)+15-E0
ドデシルメルカバシン+8-E0
大豆油アミン+10-E0
ロダンアミン+32-E0
ヤシ脂肪族アミン+7-E0

本発明の作動液体：金属工作用潤滑油には、大抵把れ首つて、約10パーセントないし約90パーセントの水と、約40パーセントないし約1パーセントの添加剂とから成る。これらの添加剂は、エトキシル化脂肪族アルコールと一様、多価脂肪族アルコールの水溶性エステル、セツブデンまたはアンチモニーの化合物、ホスフエートエステルの組合せから成る酸化物から成り、さらには、ポリマー、酸化剤、脱硫防歴剤、金属腐食抑制剤あるいはキャリート剤などを含有してもよい。好ましくは、前記組合は約70パーセントを含む水と約1パーセントの酸化物とから成る。これらの液体は無毒液または非イオン液を用いて直接で容易に配合することができるが、冰温水を用いてもよく、せんじの影響無もない。

本発明では、作動液体、金属工作用潤滑油の安定した酸化物を作ることができる。これらは機械過渡のように生つたて水がなくてもよいし、あるいは在庫所定量の水を含んでいてもよい。

好ましくは、流動性を高め、使用時の混合を楽にするため元々5重量ペーチシットまでの水を含有する。これらの酸化物は、たとえば、1:56重量比で水と1:1の比率で水で稀釈する。

代換的酸化物後次の通りである。

#### ハーフオクタノード

作動液体酸化物	重量%
ナトリウムの酸化物	500 500 500
ナトリウムのアルキル水スファート	294 455 40
エスチル	
ボリオキシエチレン20ゾク ビタンモノステアレート	12.73 12.17 12.0
セタノリクノドの酸化オキシ エチレンまたはアンチモニ ムガリガルカブホスフオロチチ オエート	8.83 12.64 12.5
ナトリウム-オクタブ	11.71 40
ベンゾチアゾール	
セルフエリジ	14.71 7.85 7.5
セラミド	10.00 10.00 10.00
ホスフェニトエスチルの酸化セリウムジチオ セチルモニーの化合物の比率は約0.1:1を	

いしょどりであり、これは酸化セリブデンまたはアンチモニー化合物内の錫の重量を基にしている。エトキシル化脂肪酸またはアルコールの水溶性エスチル対酸化セリブデンまたはアンチモニー含有化合物の比率は、錫含有化合物内の錫の重量を基にして約0.5:1ないし約2:1である。好ましくは、ホスフエートエスチル対酸化セリブデンまたはアンチモニー化合物の比率は0.5:1ないし1:1であり、好ましくは、エトキシレート脂肪酸またはアルコールのエスチル対酸化セリブデン化合物の比率は約1:1ないし約1.5:1である。

本発明の作動流体または金属工作用組成物内の水に対する酸化セリブデンまたはアンチモニー化合物の濃度は約0.05ないし約0.5重量百分率である。水に対するホスフエートエスチルの濃度は約0.05ないし約1重量百分率である。水に対するエトキシル化脂肪酸またはアルコールの水溶性エスチルの濃度は約0.1ないし約0.5重量百分率である。好ましくは、

と共に用いる。

ポリエーテルポリオールは、一般的に、約0.5ないし約1.00×10<sup>-3</sup>の不活性ガス圧力の下に約300Jないし1500Jの高圧で酸または酸素をオキシアルキル化した触媒および不活性有機溶剤の存在下で活性水素含有化合物を用いて作る。酸化剤として適したポリエーテルポリオールは、約1.00ないし約1.5×10<sup>-3</sup>の分子量を有する。好ましくは1.00ないし約4.0×10<sup>-3</sup>の分子量を有するポリエーテルポリオールを前記アルファーオレフィンエボキシドと反応させてポリエーテルポリオール上にアルファーオレフィンエボキシドキャップを形成させることによつて作ることができる。本発明の作動流体の酸化剤として適したポリエーテルは、エチレンオキシドと前記アルファーオレフィンエボキシドとを不活性重合させることによつて作ることができる。本発明の活性ポリエーテルポリオール酸化剤を得るために必要なアルファーオレフィンエボキシドの量は活性ポリエーテルポリオール固

これらの質量比率は、それぞれ、0.75ないし0.8パーセント、0.25ないし0.5パーセント、1ないじ1.5パーセントである。アルファーオレフィンエボキシド活性ポリエーテルポリオール酸化剤

活性ポリエーテルポリオール酸化剤は、本発明の一具体例では、普通のポリエーテルポリオール酸化剤を約1.2—1.8の炭素原子を有するアルファーオレフィンエボキシドで活性またはその混合によつて得ることができ。普通のポリエーテルポリオール酸化剤としては、エチレンオキシドホモポリマー、エチレンオキシドと3—4の炭素原子を有する少なくとも1種の下級オキシレンオキシドの不均質またはブロックコポリマーである。このエチレンオキシドはポリエーテルポリオールの全重量に多く少なくとも1.0重量百分率の比率で用いる。一般的には、約7.0—8.0重量百分率のエチレンオキシドを、3—4の炭素原子を有する低級オキシレンオキシド、約3.0—4.0重量百分率

化剤の全重量に基づいて約1ないし約2.0重量百分率である。あるいは、活性ポリエーテルポリオール酸化剤は、エチレンオキシドと少なくとも1種の、3—4の炭素原子を有する他の下級アルキレンオキシドの混合物を約1.2—1.8の炭素原子を有するアルファーオレフィンエボキシドと不均質共重合せるとが最もよくは混合することによつてうみことができる。本発明の作動流体、金属工作流体を作るのに有効なアルファーオレフィンエボキシド活性ポリエーテルポリオール酸化剤の製造についての詳細は、1979年10月22日出願の米国特許出願第8,423,910号および1979年10月22日出願の同第8,423,911号に記載してあり、これらの出願を本明細書に援用する。

高分子量ポリエーテルポリオールを活性するのに上記のアルファーオレフィンエボキシドを用いる代りに、1.2—1.8の炭素原子を有するアルコールを、米国特許第4,085,273号の教示に従つてエビフルロヒドリンと反応させて得

エート、リテウムベンゾエート、ストロンチウムベンゾエートがある。

アミン式腐蝕防止剤としては、モルフォリン、N-メチルモルフォリン、N-エチルモルフォリン、エチレンーニアミン、ジメチルアミノプロピルアミン、ジメチルエタノールアミン、アルファード、ガムマーピコリン、ビベラシン、イソブロピルアミノエタノールがある。

特に好ましい気相腐蝕防止剤化合物はモルフォリンとイソブロピルアミノエタノールである。腐蝕防止剤としては、本発明の液体の金属量に並んで約0.013ないし約2重量パーセントの比率を用いる。好ましくは、約0.6ー約2重量パーセントのアミンを用いる。

#### 金属着色剤(キレート剤)

これは主として鋼、その合金をキレート化するのに用いる。このように材料は周知であり、各種のトリアゾール、チアゾール、サリチリデンのアミン誘導体を広い範囲で選ぶことができる。代表例としては、ベンゾトリアゾール、ト

#### 液一気相腐蝕防止剤

液気相腐蝕防止剤は、アルカリ金属ニトライド、エトレート、ホスフェート、シリケート、ベンゾエートのいずれでもよい。個々にでも組合わせても用いられる。好ましいアルカリ金属ニトレートおよびベンゾエートの代表例としては、ナトリウムニトレート、カリウムニトレート、カルシウムニトレート、バリウムニトレート、リチウムニトレート、ストロンチームニトレート、ナトリウムベンゾエート、カリウムベンゾエート、カルシウムベンゾエート、バリウムベンゾ

リトリアゾール、2-メルカプトベンゾチアゾール、ナトリウム2-メルカプトベンゾチアゾール、N,N'-ジサリチリデン-1,2-プロパンジアミンがある。

他の公知の腐蝕防止剤を添加することも考えられる。アミン、アルカリ金属ニトレート、ベンゾネート、ニトレートの他に、アルコキシリ化断防歯も有効である。

上述の、エトキシリ化脂防歯と一例、多価アルコールのエステル、ホスフェートエステルは水溶性であり、これらの物質を水中で分散させ、長時間懸濁状態に保つのになんら特別の方法を必要としない。一方、硫化セリブデン、アンデモニーは水に溶けず、使用前に乳化する必要がある。たとえば、アニオニフタまたは非イオン性の表面活性剤を用いる。これらの代表例としては、ナトリウムベトロリウムサルファオエート、ナワカ、ナトリウムドアシルベンゼンサルファオエートや、ポリオキシエルベル化した脂肪アルコールまたは脂肪酸、およびポリオキシエチ

ル化アルキルフェノールがある。

本発明の硫化セリブデンまたはアンデモニー化合物を乳化する代表的な配合は次の通りである。

#### 乳化剤

	重量%
ナトリウムドデシルベンゼンサルファオエート	70
エチレングリコールモノブチルエーテル	23
ブチルアルコール	7
	100

#### 乳化性硫化物(以下、エマルジョンという)

	重量%
硫化セリブデンまたは	40
アンデモニーの化合物	60
	100

本発明の代表的な高水性作動液体または金属工作用添加剤は第II表に示す成分を含有する。

#### 第II表

成 分	重量%
水(液相または脱イオンしたもの)	25-325
混合乳化剤	80-88

水溶性エトキシル化エステル	3-10
40%固体エマルジョンの セリコンまたはアンチモ ニーの化合物	1-5
水溶性アルキルホスファートエステル	0.1-1.0
金属潤滑剤	0.1-0.5
腐蝕防止剤	0.5-1.0

本発明の作動流体、金属工作用組成物は、上記の配合のとき、100°F(37.8°C)で400 S.U.8までの粘度を持つ透明な液体であり、周囲温度での長期間にわたる保管でも安定している。さらに、本発明の作動流体、金属工作用添加剂はオイルをしており、タリコールとある、あるいは石油系オイルをベースとする従来の耐熱性流体と違つて燃焼することができない。本発明の作動流体、金属工作用添加剂は、石油系作動流体に比べて、生態学的にきれいで汚染のない組成物である。本発明の作動流体、金属工作用添加剂は石油から誇導したものでない合成材料にかぎり依存しているので、その生産量は石油の不足とは比較的無関係であり、石油不足による缺

陥的な影響を受けない。

本発明の作動流体は、潤滑性、粘度、腐蝕防止性のような必須の特性をすべて持つているので、2,000-2,000.0 ポンド/平方インチ(140-140.0 kg/cm<sup>2</sup>)の液圧を必要とする種々の用途に用いることができる。本発明の作動流体は種々形式の液圧システムで用いられに適してあり、ペーンポンプあるいはアクシアルピストンポンプを用いたシステムで特に有効である。このようなポンプが使われるれば、金属成形、潤滑、金属プレス、ドリル、エンドベーツなどの他の機械の作動装置、ダイカスト機、射出成形機のダイを開ざす装置、その他の圧力を必要とする液圧システムである。

本発明の作動流体を評価するために、一般に Vickers Vane pump Test と呼ばれるテストを行なつた。このテストで用いた装置は次のように、作動する液圧システムである。作動流体を密閉タンクから Vickers V-104C ペーンポンプの吸込側に引く。このポンプは 2.5 萬力 1740

ロータ、カムリング、2つの調合したペーン、ブッシュで囲まれた各空所の体積が変化する。回転時に流体が空所に出入りする孔が本体に設けてある。ロータ、カムリング、2つの調合したペーン、ブッシュで囲まれた各空所の体積が変化する。回転時に流体が空所に出入りする孔が本体に設けてある。ロータは電動機で回転する間に連続してある。ロータ周囲にあるスロット内に複数の操作油孔のペーンが挿入してある。カムリングがロータを回んでおり、ロータ、ペーンはカムリングとブッシュで囲んである。カムリングの内面はカム形状となつてゐる。ロータが回転するとともに

ロータ、カムリング、2つの調合したペーン、ブッシュで囲まれた各空所の体積が変化する。回転時に流体が空所に出入りする孔が本体に設けてある。

ここで用いた Vickers Vane Pump Test の特徴に、5ガロンのテスト流体を充填し、1.0 lb/in.²(13.8 kg/cm<sup>2</sup>)の圧度で 1.0,000 psi のポンプ吐出圧力(負荷)まで運転することを異次していふ。テストの測定は「ポンプカートリッジ」のカムリング、ペーンを計量することによって、漏耗量を測定した。テスト運転後、分解して計量し、付着物、沈泥、腐敗等のしるしを目で検査した。

以下、例によつて、本発明の作動流体をより充分に説明し、それを用いて得た、予測できなかつた結果を示す。これらの例は説明のためのものであつて、測定の意味はない。すべての例、比喩、バーセンテージは重量によるものであり、重量はすべて常にことわらない限り、換算率である。

反応で得た表面活性剤複合生成物と反応させていた。

例1-3(比較例)

作動流体液化物を次の重量ペーセントの組成で製造した。

成 分

	<u>例1</u>	<u>例2</u>	<u>例3</u>
ポリオキシエチレン 20 ソルビタンモノステアレート	22.53	36.35	36.00
硬脂酸オキシモリブデンオルガノフオスマールジオエート	17.65	27.27	31.00
アルキルホスフエートエステル	5.88	9.10	8.00
モフォリン	29.41	15.15	15.00
ナトリウム-2-メルカプトベンゾテアゾール	21.53	12.12	8.00

これらの液体は透明をこねく色で、自由に混動し、室温で放置してもなんらの相分離が生かつた。これらの液化物をタップ水で稀釈して各液化物 1-3.5 ペーセントを含有する作動流体を得たときに、均質な混合物が得られた。

これらの例で用いたアルキルホスフエートエステルは、2 モルの亜酸化鈉を、1 モルのオレイルアルコール、1 モルのエチレンオキシドの

この中間生成物を、115℃、22 時間、窒素雰囲気中で、プロピレンオキシド、エチレンオキシドと反応させてベース共重合体生成物を作つた。次に、この反応混合物を冷却し、粘りのある液状生成物をガラス容器に移した。この製品は約 32,000 の分子量であつた。

2 ガロン入りステンレス鋼混合槽に例 4 で作つた共重合体を 2400 グラム充填した。この混合槽内の内容物を、窒素雰囲気中で、外側ジャケットに水蒸気を通して加熱した。次に、8.9 グラムのナトリウムを加え、混合物を攪拌し、反応を続行させた。2 時間後、1.5-1.8 の炭素原子の脂肪族鎖長を持つアルファ-オレフィンオキシドの混合物 (VIKING Chemical Company が商標 VIKOLOX 15-18 で販売している) を 34 グラム、1 度に加えた。もう 4 時間、攪拌と加熱を続け、その後、反応混合物を冷却し、粘性生成物をガラス容器に移した。

第 III-V 表は、それぞれ、例 3 の液化物を水

例4

この例では、約 22,000 の分子量を持つ、エチレンオキシドおよび 1,2-プロピレンオキシドの不均質共重合体を作つた。次に、このベース不均質共重合体を、Viking Chemical Company が商標 VIKOLOX 15-18 で販売している、1.5-ないし 1.8 の炭素原子を有するアルファ-オレフィンエボキシドの混合物と反応させた。

3.5 ペーセントのエチレンオキシドと 3.5 ペーセントの 1,2-プロピレンオキシドから構成した普通のポリエーテルを、ステンレス鋼のオートターレー内において 2段階にわたつてトリメチロールプロパンと反応させて作つた。まず、120℃で 1.8 時間、トリメチロールプロパン、水酸化カリウム、1,2-プロピレンオキシド、エチレンオキシドの混合物を反応させて中間生成物を作つた。ガラス容器に冷却した液状の中間生成物をあけた。

過水で稀釈して作動流体を作つたときの粘度、例 4 のアルファ-オレフィンエボキシド変性ポリエーテルポリオール液化剤を水で稀釈したときの粘度および例 4 のアルファ-オレフィンエボキシド変性ポリエーテルポリオール、5-7.5 ペーセントと組合わせて例 3 の液化物、5 重量ペーセント用いた例を示している。液化剤と作動流体液化物の混合物の第 V 表に示す驚くべき粘度上昇は予期しなかつたものであり、液化作動流体としては金属工具用潤滑剤を作ることに液化剤の量が少なくてすみ、コスト節減となるという利点を持つ。

第 IV 表

例 3 の液化物と水で作つた  
作動流体の粘度

水濃度(重量%)	100℃の粘度(SUS)
1.0	34
2.0	34
5.0	38

特開昭57-167397(12)

体を作り、Vickers V-104C ベーンポンプにおいて高剪断条件下での安定性をテストした。テストは1007, 104時間, 1000 psi の圧力で行なつた。テスト中、いろいろな時間に作動流体のサンプルを採取し、粘度を測定した。

第IV表

水による例4の潤滑剤の粘度

水濃度(重量%)	1007粘度(SUS)
5.0	34
5.5	37
6.0	42
7.5	56

第V表

例3の潤滑物と例4の潤滑剤の混合物の水による粘度

水濃度(重量%)	1007粘度(SUS)	
例3	例4	
5.0	5.0	120
5.0	7.5	250
6.0	6.0	335
5.0	7.5	1295

例5

例4の潤滑剤、4重量パーセント、例3の作動流体潤滑物、5重量パーセント、潤滑水道水として、235 SUS の粘度を有する水性作動流

ンポンプでテストした。このテストは、Vickers V-104C ベーンポンプによつて、104時間にわたつて 1000 psi の圧力、1007 の粘度で行なつた。いろいろな時間にリング、ベーンの摩耗を測定し、その結果を第VI表に示す。

第VI表

Vickers Vane Pump Testによる  
例3の作動流体の摩耗性能

テスト時間(時)	リング、ベーンの 全重量による摩 耗損失(グラム)
72	148
113	197
153	260
194	265

第VI表に示すリング、ベーンの重量損失はベーンポンプでの耐久性が許容範囲にあることを示している。

第VI表

Vickers Vane Pump による例  
3の作動流体の剪断安定性

テスト時間(時)	1007粘度(SUS)	粘度ロス(%)
0	235	0
6	322	38.8
92	310	47.6
153	299	10.75
194	277	12.31

第VI表に示したように、104時間運転後の粘度変化は20%以上よりも少なくて、Vickers Vane Pump での剪断安定性が良好であることを示している。

例3の作動流体を摩耗についても液圧ペー

第1頁の続き

⑦発明者 パウルス・デヴィス

アメリカ合衆国ミシガン州ホワイト・ジブルター-30027

## 手 続 業 正 書(白見)

昭和57年3月5日

特許庁長官署

## 1. 事件の表示

昭和57年特許願第 9925 号

## 2. 克明の名稱

相乘的に濃化した水性作動液体

## 3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

名 称 ピーエイスエフ ワイアンドツト コーポレイション

## 4. 代 理 人 T1.07

住 所 東京都港区高輪2丁目2番21号  
第26高ビル 306号 電話583-5043

氏 名 外國士(6689) 内野 昭



## 5. 補正命令の日付

(白見)

## 6. 補正の対象

願書の特許出願人の欄および責任状およびその訳文各1通

## 7. 補正の内容

別紙の通り

